

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-294361

⑬ Int. Cl.

G 01 N 30/56
B 01 D 15/08

識別記号

庁内整理 号
7621-2G

⑭ 公開 昭和61年(1986)12月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 クロマトカラムへの充填剤の充填装置

⑯ 特 願 昭60-136594

⑰ 出 願 昭60(1985)6月21日

⑱ 発 明 者 川 添 鉄 也 厚木市森の里若宮7番1号 栗田工業株式会社総合研究所
内

⑲ 発 明 者 金 森 春 一 東京都新宿区西新宿3丁目4番7号 栗田工業株式会社内

⑳ 出 願 人 栗田工業株式会社 東京都新宿区西新宿3丁目4番7号

㉑ 代 理 人 弁理士 重 野 剛

明 細 書

1. 発明の名称

クロマトカラムへの充填剤の充填装置

2. 特許請求の範囲

(1) シリンダ形状のパッカと、該パッカ内に挿入されたピストン部材と、該パッカの一端側に付設されており、該ピストン部材と連結部材を介して連結されているピストン部材駆動装置と、該パッカの他端側に設けられており、クロマトカラムの一端と該パッカの他端とを着脱自在に接続する接続部材と、を有してなるクロマトカラムへの充填剤の充填装置。

(2) 前記接続部材は、長さ方向一端側に向けて縮径するテーパ管形状のレジューサと、該レジューサの一端側に着脱自在に接続されたカラム接続用アダプタとを有してなることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載のクロマトカラムへの充填剤の充填装置。

(3) 前記接続部材は、長さ方向に等径の筒形状であることを特徴とする特許請求の範囲第1

項に記載のクロマトカラムへの充填剤の充填装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィー等のクロマトグラフィーに用いられるカラムに充填剤を容易かつ迅速に充填することができるクロマトカラムへの充填剤の充填装置に関するものである。

〔従来の技術〕

溶液や混合ガス中から特定の成分を分離する装置として液体クロマトグラフィーやガスクロマトグラフィーが知られている。このクロマトグラフィー装置には、周知のように、微小粒径の充填剤を充填したカラム(クロマトカラム)が用いられており、このカラム中に充填剤を高密度かつ均一に充填することにより優れた分離性能を発揮させることができる。

このクロマトカラムは、通常、充填剤を数日ないし1年程度の割合で取り換え(詰め換え)を行

うようにしており、この充填剤の均一かつ易な交換作業方式の提供が期待される。

従来、クロマトカラムに充填剤を充填する方法としては、充填剤のスラリー液を、高圧ポンプを用いてカラム内に送液し濃縮、圧密化する方法（以下、第1の方法という）が知られている。また、異なる充填方法として、軸方向又は半径方向に縮むことができるカラムを用い、このカラム内に充填剤分散スラリーを導入した後カラムを圧縮して押し締め、スラリーを濃縮、圧密化する方法が知られている（以下、第2の方法という）。

さらに、特公昭58-20284には、カラムの中にピストンを挿入し、このピストンでカラム内に導入された分散剤のスラリー液を濃縮、圧密化する方法が開示されている。

【発明が解決しようとする問題点】

上記従来の充填方法のうち、第1の方法は、分析用の小型カラムに適用するには好適であるが、各種製造プロセス等に用いられる中型ないし大型のカラムへの充填剤の充填には、大流量高圧の定

作動用の駆動装置を備える。なお、この接続部材はパッカとクロマトカラムとを着脱自在に接続する。

【作用】

本発明の充填装置を用いてクロマトカラムへ充填剤を充填するには、接続部材を介してパッカとカラムとを接続しておく。そして、クロマトカラム及びパッカ内に充填剤スラリー液を導入し、次いでパッカ内のピストン部材を作動させてこのスラリー液から液分を排出して濃縮、圧密化して、クロマトカラム内に充填剤を均一かつ高密度に充填する。

しかし、接続部材をカラム直径に応じて寸法ないし形状の種々異なるものを用いることにより、異なる直径のカラムについても同一の装置で充填剤を充填することができる。例えば、直径の小さなカラムにパッカを接続する場合には、先端側に向かって細くなるテーパ管形状の接続部材を用いればよい。従って、本発明によれば、異なる大きさのカラムについても、均一かつ高密度に充填

量／定圧ポンプが必要となり、実用性に乏しい。

そのため、従来、中型ないし大型カラムへの充填剤の充填には、上記第2の方法が主として適用されているが、この第2の方法にいては、カラムそれ自身が押し締められる構造とされると共に、この押し締めを行うための装置を具備せねばならず、装置構成が複雑かつ大型のものとなり、充填装置が高価で嵩ばるものになっている。

さらに、特公昭58-20284に記載の方法では、カラム内径に一致する大きさのピストン部材を必要とするところから、カラム直径に合わせて種々の直径のピストンを用意しておかねばならず、汎用性に乏しい。また、カラム内には、少なくともピストンの体積分だけ、充填されない空間が生じてしまう。

【問題点を解決するための手段】

上記問題点を解決するために、本発明のクロマトカラムへの充填剤の充填装置は、ピストン部材を内蔵したパッカと、このパッカの一端とクロマトカラムの一端とを接続する接続部材及びパッカ

剤を充填することが可能とされる。

【実施例】

以下図面を参照して実施例について説明する。

第1図は本発明の実施例に係るクロマトカラムへの充填剤の充填装置を示す正面図である。本実施例において、充填装置10は、ピストン部材12を内蔵したパッカ14と、ピストン部材の駆動装置16、及びパッカ14をクロマトカラム18に接続するための接続部材20とを備えている。本実施例において、接続部材20はレジューサ22とカラム接続用アダプタ24とを有しており、レジューサ22は一端側に向かって縮径するテーパ管形状とされている。

カラム18の上端側には、第2図に示すように、多孔板26がカラム18の上端を封ずるように設置され、この多孔板26を覆うようにカラムヘッド28がカラム18に取り付けられている。なお、カラム18の上下の端部には、それぞれ雄ねじ18aが割設されており、カラムヘッド28に形成された雌ねじ28aがこの雄ねじ18aに

組合し、これによりカラムヘッド28とカラム18に着脱自在に取り付けられている。カラムヘッド28は、その内外を連通する通孔30を備えており、この通孔30の外側開口にチューブ32がコネクタ34を介して接続されている。

カラム接続用アダプタ24は、その上端内周面に雄ねじ24aが形成されており、カラム18の下端に形成された雄ねじ18a'と螺合することにより、カラム18に着脱自在に取り付けられている。

また、カラム接続用アダプタ24は、その下端側に拡張部24bを有しており、レギュレータ22の上端に設けられたレギュレータ側の拡張部22bと突き合わされている。そして、拡張部22b、24bを外側から押えるようにクランプ36が装着され、これによりレギュレータ22とカラム接続用アダプタ24との着脱自在な接続が行われている。なお、拡張部22b、24b間にはシール部材38が介在されている。

第3図に拡大して示すように、レギュレータ22

まず、第4図に示すように、油圧シリンダ42内のラム40を下方に下げ、パッカ14内のピストン部材12を下げておく。また、カラムヘッド28をカラム18から取り外しておく。この状態で、カラム18の頂部から充填剤のスラリー液50をカラム18内に注ぎ込み、パッカ14、接続部材20及びカラム18内をこのスラリー液50で満たす。

次に、カラム18の上端に多孔板26を設置した後、カラムヘッド28を該カラム18の上端に螺着せしめる。次いで、第5図に示すように油圧ポンプ44を作動させ、ラム40及び該ラム40に連結されているピストン部材12を上方に押し上げる。これによりカラム18内のスラリー液50は次第に濃縮され、圧密化される。

次に、クランプ36を外し、カラム接続用アダプタ24とレギュレータ22との連結を解除した後、カラム18を上下逆転にする。そして、カラム接続用アダプタ24を捻り回しカラム18から取り外す。この状態では、カラム18の端面から

の下端には拡張部22aが設けられ、パッカ14の上端にはフランジ14aが設けられている。これらフランジ14a、22aは、クランプ37によって密着され、これによりパッカ14とレギュレータ22との着脱自在な接続が行われている。なおフランジ14aと22aとの間には、図示はしないがシール部材が介在されている。

第1図に示すように、ピストン部材の駆動装置16は、ラム40を内蔵した油圧シリンダ42と、この油圧シリンダ42に油圧を耐圧チューブ43を通して供給する油圧ポンプ44とを有している。油圧シリンダ42の上端には、第3図に拡大して示すようにフランジ42bが設けられており、パッカ14の下端に設けられたフランジ14bとボルト46によって固着されている。パッカ14内のピストン部材12bは、油圧シリンダ42内のラム40と連結ロッド48を介して連結されている。

次に、上記実施例装置を用いたカラム18への充填剤の充填方法について説明する。

は充填剤が外側に盛り上った状態となっているので、この盛り上った部分を削ぎ落とし端面を均一にした後、第6図に示すように多孔板26'をこの端面に被せ、然る後カラムヘッド28'をカラム18に螺合せしめる。その後、カラム内に適当な溶媒を通過させることにより、スラリー溶媒をバージしてエイジングする。これにより、充填剤が均一かつ高密度に充填されたカラムが得られる。

なお、上記充填作業手順は一例であって、その他の手順に従って充填作業を行ってもよいことは明らかである。例えば、上記手順ではクランプ36を外してカラム接続用アダプタ24とレギュレータ22とを切り離しているが、クランプ37を外してレギュレータ22とパッカ14とを切り離すようにしてもよい。また、カラムヘッド28'を装着するに際しては、カラム18を上下逆にせずともよく、例えば水平方向にカラム18を設置し、この状態で端面から盛り上っている充填剤の削ぎ落としとカラムヘッド28'の螺合を

行ってもよい。

なお、本実施例のようにパッカ14にレジュース22を接続する場合、スラリー圧縮作業におけるレジュース内のブリッジング現象を避けるために、レジュース22のテーパ角度は小さく角度とするのが好ましい。また、充填剤をスムーズに流通させるために、レジュース22とパッカ14とは、その接続部分の内径をほぼ等しくするのが好ましい。

なお、上記実施例装置においては、パッカ14よりも内径の小さなカラム18に充填剤を充填するために、パッカ14とカラム18との間にレジュース22を介在させているが、カラム18の直径がパッカ14とほぼ等しい場合には、第7図に示すように、レジュース22を用いず、接続部材としてカラム接続用アダプタ24だけを介してパッカ14をカラム18に接続することもできる。なお第7図のその他の構成は第1図の装置の構成と同様であるので、同一部材に同一符号を付してその説明を省略する。

【効果】

以上詳述した通り、本発明装置によれば、カラム直径の大小を問わず、該カラム内に充填剤を均一かつ高密度に充填することが可能とされる。また、パッカの内径を大きくすることにより充填装置のパッカ軸方向長さを短くし、全体としてコンパクトな形状とすることも可能である。さらに、カラムそれ自身は伸縮させる必要がないから、カラム構成を簡易にし、クロマトグラフィー装置全体の構成を平易なものにすることも可能である。

しかも本発明装置を用いた充填剤の充填作業は極めて用意かつ迅速に行うことができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例装置を示す正面図、第2図及び第3図はそれぞれ実施例装置の要部を示す断面図、第4図、第5図及び第6図は実施例装置を用いた充填作業の説明図、第7図は異なる実施例装置の正面図である。

12…ピストン部材、 14…パッカ、

また、カラム18がパッカ14よりも大きな直径を有するものである場合には、第1図に示すレジュース22とは逆に上側に向かって拡張する逆テーパ管形状のレジュースを用いればよい。

上記実施例装置においては、ピストン部材の駆動装置16として油圧シリンダ機構が採用されているが、水圧、気圧或いはその他の機械的駆動力を動力源とする駆動装置を用いることができる。

また、パッカ14の容量としては、パッカ14の内容積と接続部材20の内容積の和がカラム18の内容積の2～3倍程度となる大きさのものをを用いるのが好ましい。

なお、本発明の装置においては、カラム接続用アダプタ、レジュース、パッカ、ピストン部材等は、それらの内面をスラリー液に対する十分な耐食性を有する材質のもので構成するのが好ましい。また、ピストン部材の側面には、例えばポリテトラフルオロエチレン等の耐食性及び慣働性の優れた合成樹脂製のパッキンを装着してもよい。

16…ピストン部材駆動装置、

18…カラム、 22…レジュース、

24…カラム接続用アダプタ、

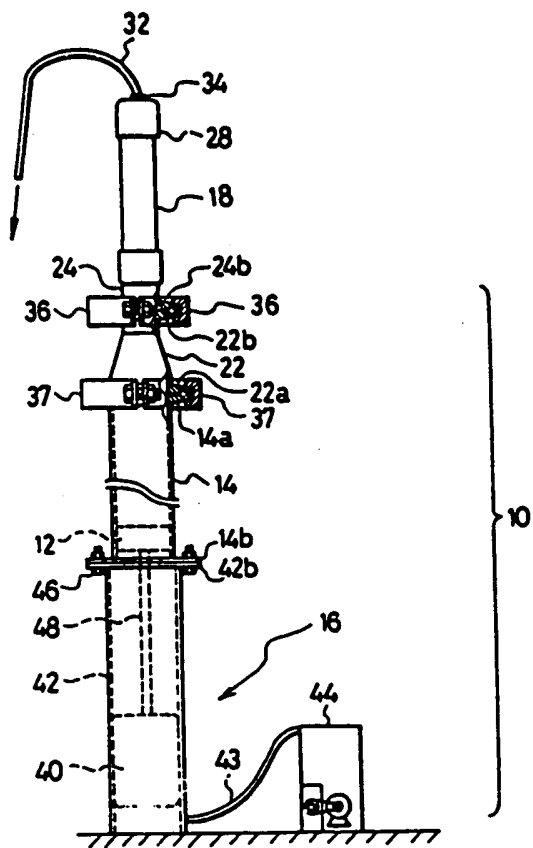
28…カラムヘッド 32…チューブ、

42…油圧シリンダ、 48…連結ロッド、

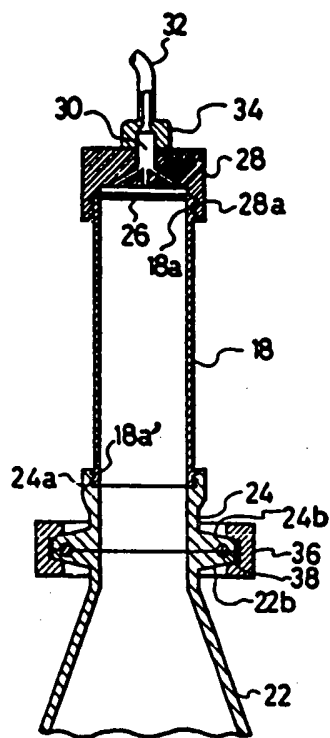
50…充填剤のスラリー液。

代理人 弁理士 重野 剛

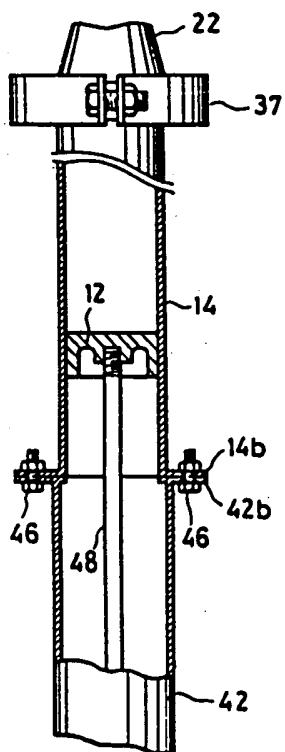
第1図



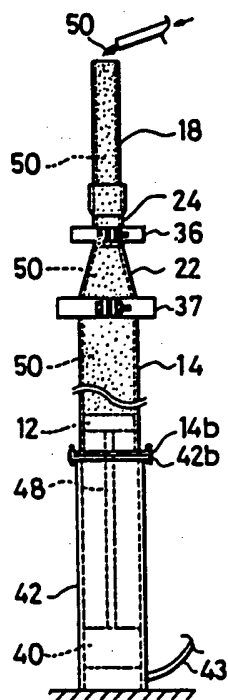
第2図



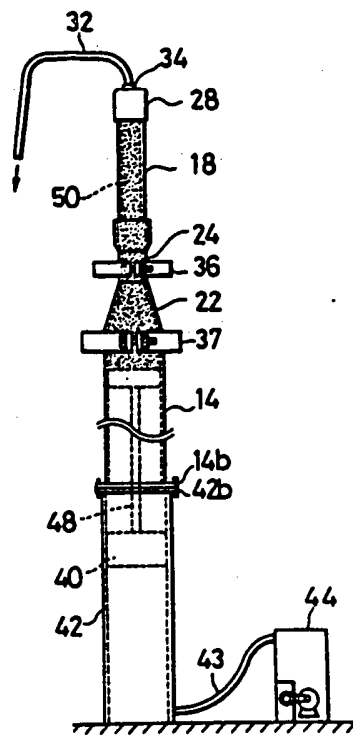
第3図



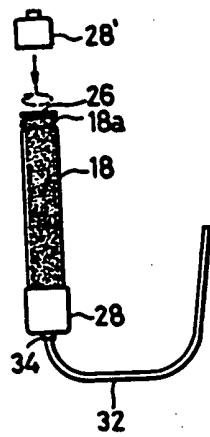
第4図



第5図



第 6 図



第 7 図

